

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-141495

(43)Date of publication of application : 30.05.1990

(51)Int.Cl.

C30B 29/38  
C30B 25/18  
H01L 21/205

(21)Application number : 63-292317

(71)Applicant : ASAHI CHEM IND CO LTD

(22)Date of filing : 21.11.1988

(72)Inventor : KAYA TATSUYOSHI  
AKASHI HIROYASU

(54) LAMINATED SINGLE CRYSTAL SUBSTRATE HAVING THIN ALUMINUM NITRIDE SINGLE CRYSTAL FILM AND PRODUCTION THEREOF

(57)Abstract:

PURPOSE: To improve the crystallinity of a thin AlN single crystal film and to obtain high quality by forming the thin AlN single crystal film on a sapphire substrate with an aluminum oxynitride film inbetween.

CONSTITUTION: When metallic Al or an Al compd. is allowed to react with an N compd. to synthesize a thin AlN single crystal film on a sapphire substrate by a vapor phase process, an aluminum oxynitride film is previously formed on the substrate and the thin AlN single crystal film is formed on the aluminum oxynitride film to obtain a laminated single crystal substrate. Since the aluminum oxynitride film is allowed to exist at the hetero-interface, the crystallinity of the thin AlN single crystal film can be improved.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平2-141495

⑬ Int. Cl.<sup>8</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成2年(1990)5月30日

C 30 B 29/38  
25/18  
H 01 L 21/205

8518-4G  
8518-4G  
7739-5F

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全3頁)

⑮ 発明の名称 窒化アルミニウム単結晶薄膜を有する積層単結晶基板及びその製造方法

⑯ 特 願 昭63-292317

⑰ 出 願 昭63(1988)11月21日

⑱ 発 明 者 嘉 屋 樹 佳 神奈川県川崎市川崎区夜光1丁目3番1号 旭化成工業株式会社内

⑲ 発 明 者 明 石 景 泰 神奈川県川崎市川崎区夜光1丁目3番1号 旭化成工業株式会社内

⑳ 出 願 人 旭化成工業株式会社 大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号

明 細 書

1. 発明の名称

窒化アルミニウム単結晶薄膜を有する積層単結晶基板及びその製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) サファイア基板上に酸窒化アルミニウム膜があり、その上に窒化アルミニウム単結晶薄膜がある積層単結晶基板

(2) 金属アルミニウムあるいはアルミニウム化合物と窒素化合物とを反応させ、サファイア基板上に窒化アルミニウム単結晶薄膜を気相法により合成する際、あらかじめサファイア基板上に酸窒化アルミニウム膜を成膜し、その酸窒化アルミニウム膜の上に窒化アルミニウム単結晶薄膜を成膜する積層単結晶基板の製造方法

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は窒化アルミニウム(以下、AlNと略する)単結晶薄膜を有する積層単結晶基板及びその製造方法に関するものである。

[従来の技術]

気相法によるAlN単結晶薄膜の合成方法としては、従来反応原料として金属AlとN<sub>2</sub>ガスを用いたMolecular Beam Epi-taxy法(以下、MBE法)、同じく金属AlとN<sub>2</sub>ガスを用いたスパッター法、塩化アルミニウムとアンモニアガスを用いたChemical Vapor Deposition法(以下、CVD法)、トリメチルアルミニウムとアンモニアガスを用いた有機金属CVD法(以下、MOCVD法)が報告されている。

AlN単結晶薄膜は高い絶縁性(バンドギャップは6.2 eV)を有する圧電性膜である。その高い絶縁性を利用してⅢ-V族化合物半導体のパッシベーション膜としての応用が考えられている。また、弾性表面波(Surface Acoustic Wave、以下、SAWと略する)の伝搬速度(以下、Vs)が圧電体の中で最も大きいことから高周波領域のSAWフィルターに代表されるSAWデバイスとしての応用が期待されている。

AlN単結晶薄膜を高周波領域のSAWフィル

ターとして応用する際の問題点としてはA I N単結晶薄膜の結晶性の不均一性ということが挙げられる。S A Wフィルターにおける中心周波数その他フィルター特性はS A Wの伝搬特性と圧電体上に構成される楕型電極パターン(Inter Digital Transducer、以下I D T)によって決定される。結晶性の不均一性は直接S A Wの伝搬特性に影響し、即ちフィルター特性に影響する。従って、A I N単結晶薄膜をS A Wフィルターとして応用する場合において、A I N単結晶薄膜の結晶性の改善は避けがたい問題である。

A I N単結晶薄膜の結晶性が不均一になる原因は二通り考えられ、ひとつは酸素などの不純物がA I N膜中に固溶することであり、もうひとつは基板単結晶との物性不整合すなわち格子定数のずれ及び熱膨脹係数の差によって生じた格子歪み、応力歪みである。特に、後者の原因については、ヘテロエピタキシー一般の問題でありこれを解決することが本目的に対して肝要である。

- 3 -

施し、ミスフィット転位の伝搬を防ぎ高品質の単結晶薄膜を得るものである。もうひとつは、ヘテロ界面に極薄いバッファ層を低温において成長させ次に通常の成長温度でエピタキシャル成長を行うもので、一般的には二段階成長法と呼ばれているものである。本発明は前者の考え方に分類されるものである。

A I Nのヘテロエピタキシーに関する限り、ヘテロ界面に歪み超格子、あるいは連続組成層を施すことを試みた報告例は無く、たとえば、サファイアを基板として用いM O C V Dによってエピタキシャル成長を行う場合において、エピタキシーにさきがけてアンモニアガスによりサファイア表面を窒化することによって成長単結晶層の結晶性を改善する報告があるのみである。(Jpn. J. Appl. Phys. 27, L161 (1988))

本発明の実施にあたって酸窒化アルミニウム膜の原料となる物質は特に限定されない。また、酸窒化アルミニウム膜の合成時とA I N単結晶薄膜の合成時で、原料が変わっていても差支えない。

- 5 -

(発明が解決しようとする課題)

従来技術の上記問題を解決した高品質のA I N単結晶薄膜を有する積層単結晶基板とそれを製造する方法を開示するものである。

(課題を解決するための手段)

上記目的を達成する為に、本発明は、サファイア基板上に酸窒化アルミニウム膜があり、その上に窒化アルミニウム単結晶薄膜がある積層単結晶基板を提供するものである。そして、その製造方法として、金属アルミニウムあるいはアルミニウム化合物と窒素化合物とを反応させ、サファイア基板上に窒化アルミニウム単結晶薄膜を気相法により合成する際、あらかじめサファイア基板上に酸窒化アルミニウム膜を成膜し、その上に窒化アルミニウム単結晶薄膜を成膜する積層単結晶基板の製造方法を提供するものである。

ヘテロエピタキシーにおける界面の物性不整合による成長結晶層の結晶性劣化を改善する技術には大別して二通り試みられてきている。ひとつは歪み超格子、あるいは連続組成層をヘテロ界面に

- 4 -

要は、酸窒化アルミニウム膜及びA I N単結晶薄膜を合成する際に単結晶基板上において気相化されていることが肝要である。本発明において使用されるサファイア基板は特に限定はされないが、S A Wデバイスとして用いられる場合にはサファイアR面及びC面などを使用することが好ましい。酸窒化アルミニウム膜の合成方法は特に限定されるものではなく、スパッター法、C V D法、M O C V D法、M B E法、など気相法による成膜方法であればなんでも良い。A I N単結晶薄膜の合成方法は特に限定されるものではなく、M B E法、スパッター法、M O C V D法、C V D法、蒸着法、など気相法によってA I N単結晶薄膜が合成できる方法であればなんでも良い。また、酸窒化アルミニウム膜とA I N単結晶薄膜の成膜方法は必ずしも同一である必要はなく、また同一の反応室で成膜される必要もない。ヘテロ界面に酸窒化アルミニウム膜を介在させることによってA I N単結晶薄膜の結晶性が向上する理由は定かではないが、格子不整合及び熱膨脹係数差による格子歪み、応

- 6 -

力歪みを緩和すると同時に、ミスフィット転位の伝播を防ぐことによって成長層の転位を減らしているものと考えらる。なお、A I N単結晶薄膜の結晶性の評価にはX線ロックングカーブの半値幅をもって行った。測定に用いたのは錫リガク製RAD-Aシリーズであり、発散スリット及び散乱スリットは $1/6^\circ$ のものをを用い、受光スリットは $0.3\text{mm}$ のものをを用いた。

〔実施例〕

以下、本発明につき実施例を挙げて説明する。

(1) サファイア基板 サファイアR面

(2) 酸化アルミニウム

膜の合成方法	CVD法
Al源	AlCl <sub>3</sub>
N源	NH <sub>3</sub>
O源	CO <sub>2</sub>
雰囲気ガス	H <sub>2</sub>
反応圧力	200 Torr
基板温度	1150℃

(3) A I N単結晶

薄膜の合成方法	CVD法
Al源	AlCl <sub>3</sub>
N源	NH <sub>3</sub>
雰囲気ガス	H <sub>2</sub>
反応圧力	100 Torr
基板温度	1150℃

このような条件下で合成を行い、X線ロックングカーブによってA I N単結晶薄膜の結晶性の評価を行った。なお、単結晶薄膜の膜厚は $3.0\mu\text{m}$ であり、酸化アルミニウム膜の膜厚は $100\text{nm}$ でありサファイア基板側で酸素濃度が25モル%、窒化アルミニウム単結晶薄膜側で0モル%になるように徐々に濃度を変化させて成膜した。比較例として酸化アルミニウム膜を界面に介在させない場合の結果も合せて実施例を表1に記載した。表1から明らかなようにヘテロ界面に酸化アルミニウム膜を介在させない場合のロックングカーブの半値幅に比べて、 $100\text{nm}$ 酸化アルミニウム膜を介在させた場合のロックングカーブの半値

- 7 -

- 8 -

幅は小さな値となり、即ちA I N単結晶薄膜の結晶性が向上したことが確認される。

表 1 実施例結果

	X線ロックングカーブの半値幅
実施例	$0.28^\circ$
比較例	$0.50^\circ$

〔発明の効果〕

本発明によれば、結晶性の良好なA I N単結晶薄膜を有する積層単結晶基板を得ることができる。

特許出願人 旭化成工業株式会社

- 9 -